

Best Available Copy  
**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 11-304779

(43)Date of publication of application : 05.11.1999

(51)Int.Cl. G01N 30/20  
G01N 30/18

(21)Application number : 10-114837

(71)Applicant : SHIMADZU CORP

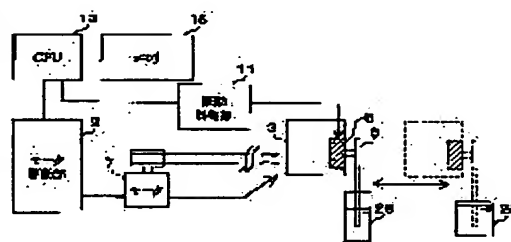
(22)Date of filing : 24.04.1998

(72)Inventor : TATSUMI NOBUYUKI

**(54) SAMPLE-INTRODUCING DEVICE****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To mix a sample, or to wash a needle without sucking/discharging liquid in a sample-introducing device.

**SOLUTION:** When a sample is sucked, a motor 7 is actuated by a CPU 13 via a motor-driving part 9 for moving a mount 3, and a needle 6 is dipped into a sample in a sample bottle 28. An ultrasonic vibrator 5 is vibrated by a CPU 23 via a vibration control part 11. The vibration is transferred to the sample via the needle 6, and the sample is mixed. When the needle is washed, the needle 6 is moved to a washing port 26 for dipping in washing liquid. The ultrasonic vibrator 5 is vibrated by the CPU 23 via the vibration control part 11. The vibration is transferred to the washing liquid via the needle 6 for washing the needle 6.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 10.09.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-304779

(43) 公開日 平成11年(1999)11月5日

(51) IntCl<sup>6</sup>

G 0 1 N 30/20  
30/18

識別記号

F I

G 0 1 N 30/20  
30/18

L  
G

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平10-114837

(22) 出願日 平成10年(1998)4月24日

(71) 出願人 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(72) 発明者 龍見 信之

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

株式会社島津製作所三条工場内

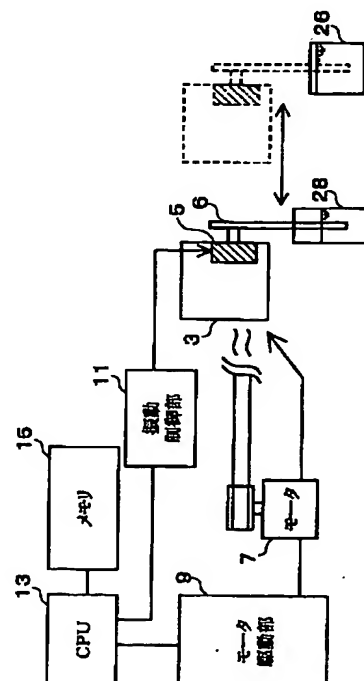
(74) 代理人 弁理士 野口 繁雄

(54) 【発明の名称】 試料導入装置

(57) 【要約】

【課題】 試料導入装置において、液を吸引・吐出することなく試料の混合あるいはニードルの洗浄を行なう。

【解決手段】 試料吸引時は、モータ駆動部9を介してCPU13によりモータ7を作動させてマウント3を移動させ、ニードル6を試料瓶28内の試料に浸す。振動制御部11を介してCPU23により超音波振動子5を振動させる。その振動はニードル6を介して試料に伝わり、試料は混合される。ニードル洗浄時は、ニードル6を洗浄ポート26に移動させ、洗浄液に浸す。振動制御部11を介してCPU23により超音波振動子5を振動させる。その振動はニードル6を介して洗浄液に伝わり、ニードル6は洗浄される。



**【特許請求の範囲】**

**【請求項 1】** 試料注入用ニードルと、その試料注入用ニードルを上下方向と水平方向に移動させるニードル移動機構と、試料注入用ニードルを洗浄する洗浄液を蓄える洗浄ポートと、試料、試薬及び洗浄液を計量、吸引及び吐出する計量部とを備えた試料導入装置において、前記試料注入用ニードルに直接に、又は振動を伝達しうる部材を介して接触して配置された振動発生部と、前記振動発生機構を制御する振動制御部と、を備えたことを特徴とする試料導入装置。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

**【発明の属する技術分野】** 本発明は液体クロマトグラフ等の分析装置に試料を導入する試料導入装置に関するものである。

**【0002】**

**【従来の技術】** 試料導入装置を用いた試料導入装置として、先端に試料導入用ニードルを備えた試料計量用サンプリンググループを用い、そのニードルを試料瓶に挿入し、シリンジを利用して試料をサンプリンググループに吸入して計量した後、そのニードルを液体クロマトグラフの試料導入口に接続するとともに、移動相がそのサンプリンググループを経てニードルからカラムへ流れるように流路を切り換えて試料導入を行なう装置が用いられている。

**【0003】** 試料吸引時に試料瓶内で試料を混合する場合、シリンジを用いて試料の吸引・吐出を行ない、又は空気を送り込んで混合する。試料導入後、ニードルはクロスコンタミネーションを防止するために洗浄ポートへ移動させ、その外側を洗浄液で洗浄するとともに、試料を吸引するのに用いたシリンジを利用して洗浄液をサンプリンググループからニードルへ流すことにより試料導入用流路の内側も洗浄している。

**【0004】**

**【発明が解決しようとする課題】** 試料の混合あるいはニードルの洗浄は、吸引・吐出により液を動かすことにより実現しているが、そのためには液を速い速度で動かす必要がある。さらに、液を動かす速度あるいは容量により、その効果が大きく影響される。また、試料混合時に液を吸引・吐出することにより洗浄液などによって試料の濃度が希釈されることがあった。混合試料の入った試料瓶を攪拌器などを使用して混合すればよいが、そのためには試薬瓶を自動でつかんで動かす機構が必要となる。

**【0005】** そこで本発明は、液を吸引・吐出することなく試料の混合あるいはニードルの洗浄を行なうことのできる機能を備えた試料導入装置を提供することを目的とするものである。

**【0006】**

**【課題を解決するための手段】** 本発明の試料導入装置

は、試料注入用ニードルと、その試料注入用ニードルを上下方向と水平方向に移動させるニードル移動機構と、試料注入用ニードルを洗浄する洗浄液を蓄える洗浄ポートと、試料、試薬及び洗浄液を計量、吸引及び吐出する計量部とを備えた試料導入装置であって、試料注入用ニードルに直接に、又は振動を伝達しうる部材を介して接触して配置された振動発生部と、振動発生機構を制御する振動制御部と、を備えたものである。

**【0007】** 試料混合時は、ニードル移動機構により試料注入用ニードルを混合試料の入った試薬瓶に挿入し、振動制御部で制御しながら振動発生機構により試料注入用ニードルを振動させる。その結果、振動が混合試料に伝わり、試料は混合される。試料注入用ニードル洗浄時は、ニードル移動機構により試料注入用ニードルを洗浄液が蓄えられた洗浄ポートに挿入し、振動制御部で制御しながら振動発生機構により試料注入用ニードルを振動させる。その結果、ニードルの洗浄効果が大きくなる。

**【0008】**

**【実施例】** 図 1 は一実施例を表す概略構成図である。試料注入用ニードル 6 は、ニードル 6 を上下左右前後に移動させるマウント（ニードル移動機構） 3 に取り付けられており、サンプリンググループ（図示略）を介して、試料を吸引・吐出するプランジャポンプ（図示略）に接続されている。サンプリンググループ及びプランジャポンプにより計量部が構成される。

**【0009】** マウント 3 はモータ 7 により動きを制御され、モータ 7 はモータ駆動部 9 を介して CPU 13 により制御される。マウント 3 のニードル 6 につながる金属部分には超音波振動子（振動発生部） 5 が備えられている。超音波振動子 5 の振動は振動制御部 11 を介して CPU 13 により制御される。CPU 23 には、マウント 3 の移動プログラムや超音波振動子 5 の周波数及び振動時間などを記憶するメモリ 15 が接続されている。ニードル 6 の移動可能範囲内に洗浄ポート 26 及び試料瓶 28 が配置されている。

**【0010】** 図 2 は本発明を適用した試料導入装置の一実施例を表す流路図である。6 ポートバルブ 2 のポート 2a には試料計量用サンプリンググループ 4 が接続され、サンプリンググループ 4 の先端には試料注入用ニードル 6 が設けられている。試料導入用ニードル 6 には、図 1 に示されるように、超音波振動子 5 により振動が与えられるようになっている。6 ポートバルブ 2 のポート 2b には移動相 8 が送液ポンプ 10 により供給される移動相供給流路 12 が接続されており、ポート 2c にはカラム 14 が接続されており、ポート 2d には試料注入口 16 が接続されており、ポート 2e と 2f には 6 ポジションバルブ 20 のそれぞれのポート 20d、20e が接続されている。

**【0011】** 20 は共通ポート 20a を 6 つのポジションに切り換えて接続することのできる 6 ポジションバル

ブであり、その共通ポート20aにはプランジャーポンプ22の吸引・吐出口が接続されている。プランジャーポンプ22は別に吸入専用口も備え、その吸入専用口は6ポジションバルブ20のポート20bに接続されている。6ポジションバルブ20のポート20cには洗浄液24につながる流路が接続され、ポート20dとポート20eには6ポートバルブ2のポート2eと2fがそれぞれ接続されており、ポート20fは洗浄ポート26につながる流路に接続されている。6ポジションバルブ20は共通ポート20aをいずれかのポートに接続するとともに、共通ポート以外のポート間の接続も切り換えて行なえるようになっている。6ポジションバルブ20の近傍には試料が入られた試料瓶28が配置される。

【0012】ニードル6は、図1のマウント3により試料注入口16、洗浄ポート26及び試料瓶28の位置の間を移動することができ、試料注入口16にはシール部材が設けられていてニードル6が液密を保って試料注入口16に挿入され、閉じた流路を形成できるようになっている。

【0013】次に、図2、図3により、試料がサンプリングループ4に吸入され、液体クロマトグラフへ導入される動作を説明する。図3(A)～(C)は、試料導入量がプランジャポンプ22の1回の行程の容量以下の場合である。

(A) 図3(A)に示されるように、6ポートバルブ2がロードの状態に設定され、サンプリングループ4、ニードル6、プランジャポンプ22が洗浄ポート26につながるポートに接続され、サンプリング用の流路が大気圧に開放される。

【0014】(B) 6ポジションバルブ20が図で右方向に60°回転させられることにより、ニードル6がサンプリングループ4を経てプランジャポンプ22に接続される。次に、モータ駆動部9を介してCPU13によりモータ7を作動させてマウント3を移動させることにより、ニードル6が試料注入口16から離されて試料瓶28内の試料に浸される。このとき、振動制御部11を介してCPU23により超音波振動子5を振動させる。その振動はニードル6を介して試料に伝わり、試料は混合される。このような混合によると、混合液量あるいは試料瓶の形状によって混合効率が低下することを抑制することができる。その後、プランジャポンプ22のプランジャが後退して試料瓶28内の試料が必要な量だけ吸入される。

【0015】(C) マウント3の移動によりニードル6が試料注入口16へ移動されて試料注入口16に嵌め込まれ、6ポートバルブ2がインジェクションの状態に切り換えられ、6ポジションバルブ20が図で右方向に更に60°回転させられる。この状態で移動相8が送液ポンプ10により供給され、吸入された試料がニードル6から試料注入口16を経てカラム14へ導入される。そ

の間に、プランジャポンプ22のプランジャが原点に復帰し、プランジャポンプ22の流路にあった洗浄液が洗浄ポート26へ排出される。

【0016】一方、試料導入量がプランジャポンプ22の1回の行程の容量を越えた多量の場合は、図3(B)でプランジャポンプ22により試料吸入が行なわれた後、6ポートバルブ2はその状態のままで6ポジションバルブ20が図3(C)のポジションに切り換えられてプランジャポンプ22が原点に復帰させられ、再び図3(B)のポジションに切り換えてプランジャポンプ22による試料の吸入が行なわれる。このように、プランジャポンプ22による試料吸入が繰り返されることにより、プランジャポンプ22の1回の行程の容量を越えた多量の試料が吸入される。その後、6ポートバルブ2及び6ポジションバルブ20が図3(C)の状態に切り換えられ、吸入された試料がカラム14に導入される。

【0017】ニードルや試料注入用の流路の洗浄を行なう動作を説明する。

(試料注入用流路とニードル内外を洗浄する場合)

(A) 試料がカラム14へ導入された後、図4(A)に示されるように、6ポジションバルブ20はポート20bと20cが接続されるポジションに切り換えられて、プランジャポンプ22の吸入専用口が洗浄液24の流路に接続される。そして、プランジャポンプ22のプランジャが後退させられることによって洗浄液24がプランジャポンプ22に吸入される。

【0018】(B) その後、6ポジションバルブ20が図4(B)のように左方向へ180度回転させられた後、プランジャポンプ22のプランジャが前進させられることによって洗浄液が吐出され、プランジャポンプ22と6ポートバルブ2を接続する流路が洗浄される。図4(A)と(B)の工程が繰り返されることにより、プランジャポンプ22と6ポートバルブ2を接続する流路が十分な量の洗浄液で洗浄される。

【0019】(C) ニードル及び試料注入用の流路を洗浄する場合は、図4(C)に示されるように、6ポジションバルブ20が図4(B)から図で右方向へ180度回転させられ、プランジャポンプ22の吸入専用口が洗浄液24の流路に接続されるとともに、6ポートバルブ2がロードの状態に切り換えられ、マウント3が移動されてニードル6が洗浄ポート26に入れられる。そして、プランジャポンプ22のプランジャが後退させられることによって洗浄液24がプランジャポンプ22に吸入された後、6ポジションバルブ20が図で左方向に120度回転させられて破線のポジションに切り換えられ、プランジャポンプ22のプランジャが前進させられることによって洗浄液がサンプリングループ4からニードル6の内側を通して洗浄ポート26に排出される。洗浄液は洗浄ポート26から溢れ、ニードル6は洗浄液に浸される。振動制御部11を介してCPU23により超

音波振動子5を振動させる。その振動はニードル6を介して洗浄液に伝わり、ニードル6は洗浄される。このようにして、試料注入用の流路内とニードル6の内側及び外側が洗浄される。このとき、プランジャポンプ22を前後に動かして洗浄液を吸引・吐出すると、洗浄効果が大きくなる。

【0020】図4（C）で、6ポジションバルブ20を実線で示されるポジションと破線で示されるポジションの間で切り換え、繰り返して洗浄することにより、試料注入用の流路内とニードル6の内側及び外側を十分な量の洗浄液で洗浄することができる。

【0021】（ニードルを洗浄ポートに浸すだけの洗浄の場合）図3（A）の状態から、6ポジションバルブ20が図3（B）のポジションに切り換えられ、マウント3が移動されてニードル6が洗浄ポート26に浸される。振動制御部11を介してCPU23により超音波振動子5を振動させる。その振動はニードル6を介して洗浄液に伝わり、ニードル6は洗浄される。

【0022】（ニードルを洗浄ポートに浸した状態で洗浄ポートに洗浄液を流してニードルの外側を洗浄する場合）図3（A）の状態から、6ポジションバルブ20が図4（C）の実線のポジションに切り換えられ、マウント3が移動されてニードル6が洗浄ポート26に浸される。そして、プランジャポンプ22に洗浄液24が吸入された後、6ポジションバルブ20が図4（C）で左方向に60°回転させられてプランジャポンプ22が洗浄ポート26と接続され、プランジャポンプ22に吸入されていた洗浄液が洗浄ポート26に送られる。洗浄液は洗浄ポート26に排出されて溢れ、ニードル6は洗浄液に浸される。振動制御部11を介してCPU23により超音波振動子5を振動させる。その振動はニードル6を介して洗浄液に伝わり、ニードル6の外側が洗浄される。この洗浄動作を繰り返すときは、6ポジションバルブ20が再び図4（C）の実線のポジションに切り換えられ、プランジャポンプ22に洗浄液24が吸入された後、プランジャポンプ22が洗浄ポート26と接続され

るように6ポジションバルブ20が回転させられ、プランジャポンプ22から洗浄液が洗浄ポート26に送られる。この動作が必要な回数繰り返される。

【0023】この実施例では試料導入装置と液体クロマトグラフが一体化しているが、本発明はこれに限られるものではなく、試料導入装置単体に適用することもできる。

【0024】

【発明の効果】本発明では、試料導入装置に試料注入用ニードル又は試料注入用ニードルにつながる金属部分に接触して配置された超音波振動子と、超音波振動子を制御する振動制御部とを備え、試料混合時やニードル洗浄時には、振動制御部で制御しながら超音波振動子によりニードルを振動させるようにしたので、液を吸引・吐出することなく試料の混合又はニードルの洗浄を行なうことができ、試料混合効率の低下の抑制及びニードル洗浄効果の向上を実現することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 一実施例を表す概略構成図である。

【図2】 本発明を適用した試料導入装置の一実施例を示す流路図である。

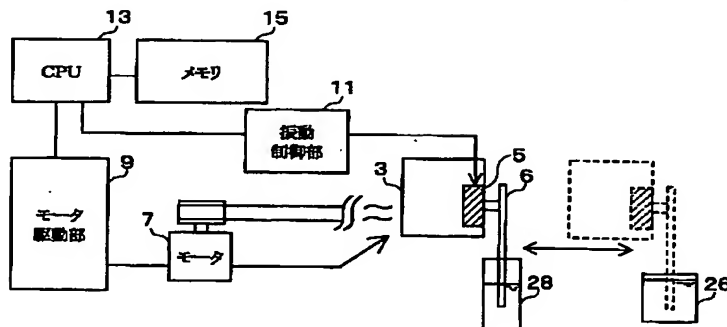
【図3】 同実施例によるサンプル導入動作を示す流路図である。

【図4】 同実施例による洗浄動作を示す流路図である。

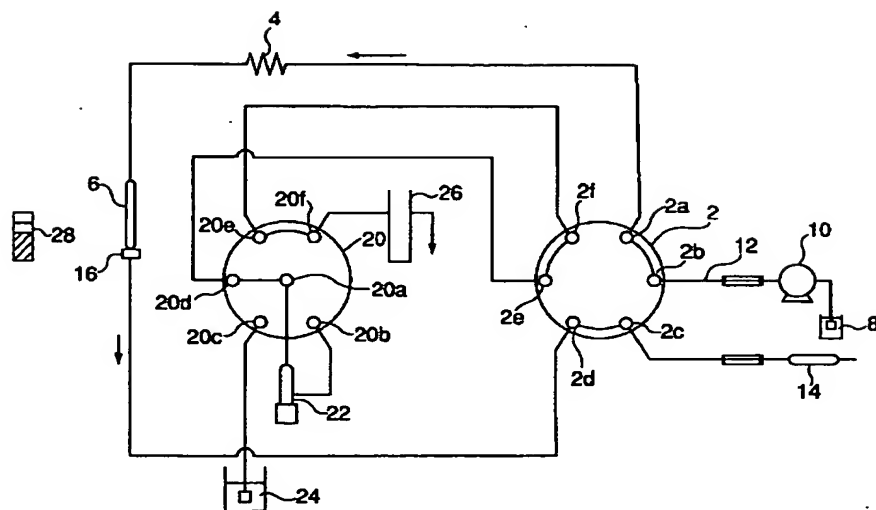
【符号の説明】

3	ニードル移動機構
5	超音波振動子
6	ニードル
7	モータ
9	モータ駆動部
11	振動制御部
13	CPU
15	メモリ
26	洗浄ポート
28	試料瓶

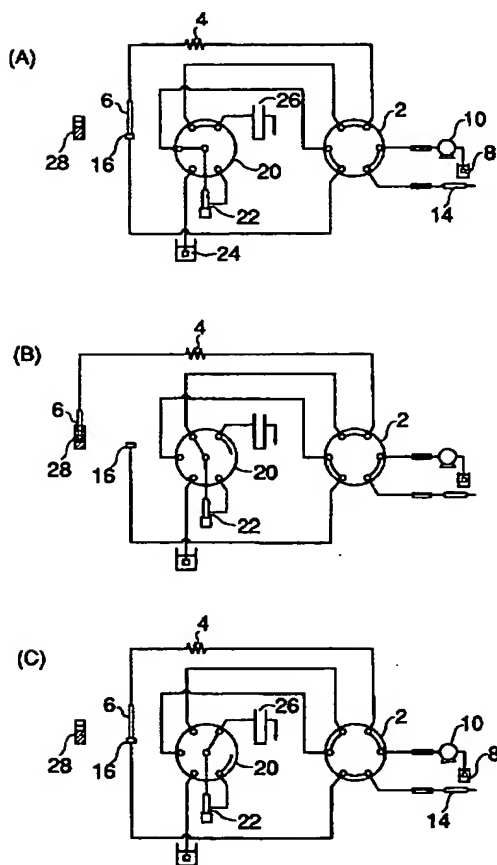
【図1】



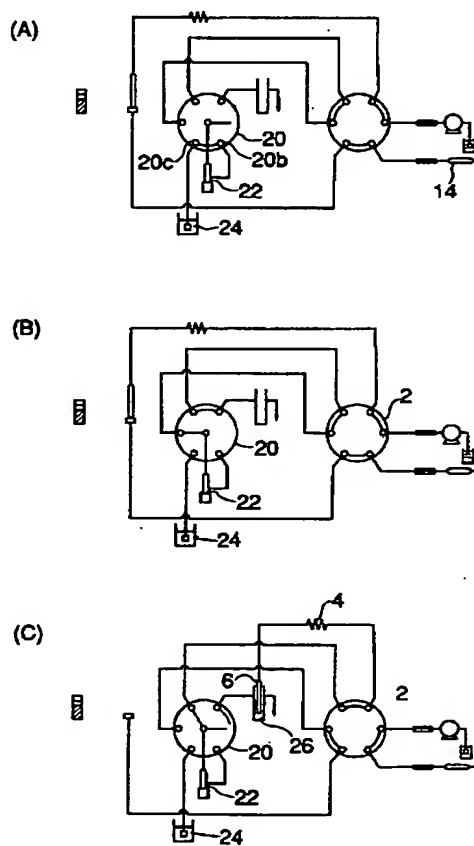
【図 2】



【図 3】



【図 4】



This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images  
problems checked, please do not report the  
problems to the IFW Image Problem Mailbox**